

**Column for subjecting a gas or liquid to a physical separation process,  
containing a structured packing comprising monoliths**

**Patent number:** NL1009499C  
**Publication date:** 2000-01-04  
**Inventor:** GROLMAN ERIC (NL); MOULIJN JACOB ADRIAAN (NL); KAPTEIJN FREDERIK (NL)  
**Applicant:** DSM NV (NL)  
**Classification:**  
- **international:** B01J19/32  
- **european:** B01D53/04C; B01D53/18; B01D53/74; B01J19/32  
**Application number:** NL19981009499 19980625  
**Priority number(s):** NL19981009499 19980625

**Report a data error here**

**Abstract of NL1009499C**

Monoliths are used to form the packaging material inside the column. A method for physically separating one or more components from a gas or liquid is carried out in a column containing a structured packing comprising one or more monoliths. An Independent claim is also included for the column.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

19



Bureau voor de  
Industriële Eigendom  
Nederland

11 1009499

12 C OCTROOI<sup>8</sup>

21 Aanvraag om octrooi: 1009499

51 Int.Cl.<sup>7</sup>  
B01J19/32

22 Ingediend: 25.06.1998

41 Ingeschreven:  
04.01.2000 I.E. 2000/03

47 Dagtekening:  
04.01.2000

45 Uitgegeven:  
01.03.2000 I.E. 2000/03

73 Octrooihouder(s):  
DSM N.V. te Heerlen.

72 Uitvinder(s):  
Eric Grolman te Maastricht  
Jacob Adriaan Moulijn te Den Haag  
Frederik Kaptelijn te Purmerend

74 Gemachtigde:  
Drs. W.C.R. Hoogstraten c.s. te 6160 MA  
Geleen.

54 Fysische scheiding.

57 De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de fysische scheiding van een of meerdere componenten uit een gas of vloeistof.  
Het kenmerkende van de uitvinding is erin gelegen dat de scheiding wordt uitgevoerd in een kolom die voorzien is van een gestructureerde pakking in de vorm van een of meerdere (gevinde) monolieten.  
De uitvinding heeft tevens betrekking op een kolom voor het uitvoeren van een fysische scheiding, een waarbij de kolom voorzien is van een dergelijke gestructureerde pakking.

NL C 1009499

De inhoud van dit octrooi komt overeen met de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekeningen.

FYSISCHE SCHEIDING

5

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de fysische scheiding van een of meerdere componenten uit een gas- of vloeistof-mengsel.

Een dergelijke werkwijze wordt in velerlei  
10 processen in de industrie toegepast. Bekende uitvoeringsvormen ervan zijn: destillatie, extractie, gasabsorbtie en-desorbtie. Dergelijke werkwijzen worden gewoonlijk in een vertikaal geplaatste kolom uitgevoerd. Een dergelijke kolom is gewoonlijk voorzien  
15 van middelen om de scheiding zo effectief mogelijk te laten verlopen. Voorbeelden van dergelijke middelen zijn roerders, zeefplaten, willekeurig gestort pakkingsmateriaal, etc. Verwezen kan worden naar het boek van J.H. Perry: Chemical Engineers Handbook, 1984.

20 In dit soort processtappen (ook wel "unit operations" genoemd) wordt de effectiviteit van de scheiding (en daarmee de grootte van het apparaat waarin de scheiding wordt uitgevoerd) bepaald door twee factoren: de kwaliteit van de scheiding en de  
25 capaciteit van de kolom. De eerste wordt beïnvloed door het stromingsprofiel in de kolom; de tweede wordt voornamelijk bepaald door het beschikbare uitwisselend oppervlak, dat daarmee sterk de diameter van het apparaat beïnvloedt. Bij kolommen, die gevuld zijn met  
30 pakkingsmateriaal (om het uitwisselend oppervlak te vergroten), levert dit een verhoogde drukval en stuwing bij relatief lage doorzetting op. Het scheidend vermogen van de kolom, hangt mede af van de fysische eigenschappen van de stoffen, die van elkaar gescheiden  
35 moeten worden. Zo wordt bij een destillatieve scheiding

de afmetingen van het scheidend apparaat mede bepaald door de verschillen in kookpunten tussen de te scheiden stoffen; daarnaast moet ook thermodynamisch, zowel als op het gebied van de stofoverdracht, de scheiding  
5 optimaal verlopen, een reden waarom de bovengenoemde middelen in een scheidingsapparaat aanwezig zijn.

Er is nog steeds een behoefte om de diameter, maar vooral de hoogte van een dergelijk scheidingsapparaat te verkleinen en/of het energie-  
10 verbruik ervan te verminderen, zonder substantieel afbreuk te doen aan het scheidend vermogen van een dergelijk apparaat, waardoor de werkwijze voor de scheiding goedkoper kan worden.

De werkwijze volgens de uitvinding wordt  
15 erdoor gekenmerkt dat de scheiding wordt uitgevoerd in een kolom, die voorzien is van een gestructureerde pakking in de vorm van één of meerdere monolieten. In een voorkeursvorm van de uitvinding vindt de scheiding plaats m.b.v. gevinde monolieten.

20 Onder monoliet wordt in het kader van de onderhavige uitvinding verstaan een aaneengesloten structuur (blok, cylinder, etc) met daarin een (groot) aantal parallel aan elkaar georiënteerde kanalen. Een gevinde monoliet is een monoliet waarin aan de  
25 binnenkant, in het holle gedeelte (in de kanalen), een of meerdere vinnen aangebracht zijn. De vinnen, die gewoonlijk radiaal zijn aangebracht, zijn meestal over de hele lengte van de monoliet, en ook voornamelijk in de lengterichting van het monoliet, aanwezig.

30 (Gevinde) monolieten, in de vorm van een katalytisch actieve kolomvulling, zijn op zich bekend uit het artikel van P.J.M. Lebens, et.al. in Chem. Eng. Sci., 52(21-22), 3893-9 (1997), alsmede uit de octrooiaanvraag WO-94-09901-A1. Het is nu

verrassenderwijs gebleken dat dergelijke structuren  
zeer wel toepasbaar zijn bij fysische scheidingen. Bij  
zo'n toepassing is gebleken dat het scheidend vermogen  
van een scheidingsapparaat, voorzien van dergelijke  
5 monolieten, sterk is vergroot t.o.v. bekende  
scheidingsapparatuur, als gevolg waarvan met een  
kleiner apparaat kan worden volstaan bij een gegeven  
doorzet, of waardoor het apparaat een grotere  
voedingsstroom kan behandelen bij gelijkblijvend  
10 scheidingsrendement. In het bijzonder geldt dit bij  
toepassingen van gevinde monolieten.

In het scheidingsapparaat is de monoliet in  
geordende vorm aanwezig, hetgeen betekent dat de  
inwendige kanalen van afzonderlijke, op elkaar  
15 gestapelde monolieten op elkaar aansluiten. Hierdoor  
wordt bereikt dat de beoogde scheiding zich in het  
inwendige van de monoliet (in de kanalen) afspeelt, en  
niet, zoals bijvoorbeeld bij een gepakte destillatie  
kolom (d.w.z. een destillatiekolom die inwendig is  
20 voorzien van random gestort pakkingsmateriaal, zoals  
Berl-zadels of Rashing-ringen), aan het  
buitenoppervlak van de pakking. Dit stelt uiteraard  
hoge eisen aan de manier waarop de voedingsstroom  
(-stromen) naar en in de kolom geleid worden: elk  
25 kanaal dient goed gevoed te worden, via een daartoe  
geschikt voedingssysteem (b.v. verdeelplaat).

De aanwezigheid van vinnen draagt ervoor  
zorg, dat er zich in de monoliet een gelaagde stroming  
voordoet, met anderzijds toch voldoende interactie  
30 tussen de met elkaar in contact zijnde stromen. Dit in  
tegenstelling tot monolieten waarbij dergelijke  
inwendige vinnen afwezig zijn, en waarbij de stroming  
in het monoliet veel minder eenduidig is. Bij  
scheidingsprocessen die in tegenstroom worden

uitgevoerd (en dat heeft de voorkeur) treedt er bij toepassing van gevinde monolieten pas bij veel hogere doorzetten stuwring en propvorming op dan bij toepassing van ongevinde monolieten.

5                   Het materiaal waarvan de monoliet gemaakt is, is op zich voor de toepassing van de uitvinding niet zo relevant. De keuze van het materiaal wordt merendeels ingegeven door de procescondities waaronder de scheiding dient te worden uitgevoerd, waaronder te  
10                   noemen zijn: temperatuur(-sverloop), druk, type gas en vloeistof, zuurgraad van het doorgevoerde medium, mate van bevochtiging van de monoliet door de processtromen, etc. De vakman kan hier, op basis van zijn vakkennis, een goede selectie maken. Geschikte materialen zijn  
15                   keramische materialen, bv. gebaseerd op alumina, siliciumcarbide of -nitride, zirconia, of materialen gebaseerd op een kunststof.

                  Zoals aangegeven is de monoliet bij voorkeur inwendig voorzien van vinnen, die de holle  
20                   ruimte binnenin de monoliet in sub-ruimtes verdelen. Het aantal vinnen is gewoonlijk gelegen tussen 2 en 20, met meer voorkeur tussen 3 en 8 en met de meeste voorkeur gelegen tussen 4 en 6. De lengte van de vin (in de richting  $\perp$  op de wand) is gewoonlijk in de orde  
25                   van grootte van 15-35% van de diameter van de ingeschreven cirkel van de monoliet-doorgang. De monolietdoorgang zelf kan in principe elke vorm hebben: cirkelvormig, rechthoekig, driehoekig, vierkantig, ovaal, etc.

30                   De grootte van de monoliet-doorgang is gewoonlijk gelegen tussen 0,1 en 30 mm, bij voorkeur tussen 1 en 10 mm, gemeten als diameter van de ingeschreven cirkel van de monoliet- doorgang, waarbij

geen rekening gehouden is met de aanwezigheid van de vinnen.

De werkwijze volgens de uitvinding is toepasbaar op velerlei fysische scheidingen, waarvoor  
5 de belangrijkste zijn:

- a) destillatie
- b) gasabsorbtie/-desorbtie
- c) vloeistof-vloeistofextractie
- 10 d) extractieve destillatie
- e) reactieve destillatie.

Dergelijke scheidingsprocessen kunnen zowel in gelijk- als in tegenstroom worden uitgevoerd. Het  
15 heeft zeer de voorkeur om de scheiding in tegenstroom uit te voeren; hierdoor wordt het scheidend vermogen van het scheidingsapparaat sterk vergroot.

De bovengenoemde scheidingen zullen navolgend in meer detail worden besproken; ze zijn op  
20 zich bij de vakman bekend.

#### a) Destillatie

Destillatie is een proces waarbij een mengsel van vloeistoffen met verschillende kookpunten  
25 van elkaar gescheiden wordt. Hiertoe wordt in een destillatiekolom warmte aan de toegevoerde voedingsstroom toegevoegd, zodanig dat een laagkokende fractie zich in dampvorm afscheidt van een overblijvende vloeistoffase. De damp wordt extern  
30 gekoeld, grotendeels afgevoerd en gedeeltelijk als zogeheten reflux teruggevoerd naar de destillatie; de vloeistof wordt gewoonlijk aan de onderzijde van de destillatiekolom afgevoerd. In de literatuur zijn velerlei uitvoeringsvormen voor destillatiekolommen

beschreven, zoals een zeefplaten kolom, een gepakte kolom, etc.

b) Gasabsorbtie/-desorbtie

- 5 Bij een dergelijk scheidingsproces wordt een component uit een gasstroom geabsorbeerd in een vloeistofstroom (absorbtie), of wordt een component verwijderd uit een vloeistofstroom en opgenomen in een gasstroom (desorbtie; ook wel: strip-proces genoemd).
- 10 Hierbij kan bijvoorbeeld gedacht worden aan ontzwaveling van rookgassen, of CO<sub>2</sub>-absorbtie.

c) Vloeistof-vloeistofextractie

- 15 Hierbij worden twee vloeistoffen, die weinig tot niet met elkaar mengbaar zijn, met elkaar in contact gebracht om één of meerdere componenten geheel of gedeeltelijk, die in de ene vloeistoffase aanwezig zijn, over te dragen naar de andere vloeistof. In het merendeel van de gevallen betreft het een samenstel van
- 20 een polair medium (bijvoorbeeld water) en een apolair medium (zoals een koolwaterstof). De vakman is op zich bekend met de (niet-)mengbaarheid van allerlei vloeistoffen en zal, al naar gelang van de te extraheren component(-en) een gefundeerde keuze kunnen
- 25 maken voor de zogenoemde extract- en raffinaatfase. Waar een extractie in meerdere uitvoeringsvormen bekend is (rotating disk kolom; een combinatie van "mixers en settlers"; (gepulseerde) gepakte kolom), is de werkwijze volgens de uitvinding bij uitstek geschikt om
- 30 te worden toegepast bij een extractieproces in een (gepulseerde) gepakte kolom.

d) Extractieve destillatie

Bij een dergelijk proces wordt gebruik



gemaakt van één of meerdere hulpstoffen om de destillatieve scheiding te verbeteren. Voornamelijk wordt dit toegepast bij het scheiden van zogenaamde azeotropische mengsels.

5

e) Reactieve destillatie

In zo'n scheidingsproces treedt er in het destillatieapparaat een reactie op; door het toepassen van een destillatieve scheiding worden één of meerdere  
10 reactanten uit bijvoorbeeld de vloeistoffase via de gasfase verwijderd, waardoor het mogelijk is om een naar evenwicht neigende reactie aflopend te maken, dan wel volgreacties te voorkomen. In een uitvoeringsvorm van de onderhavige uitvinding bevindt zich op de  
15 gevinde monoliet een katalytisch actieve component of wordt het materiaal van de monoliet zodanig gekozen dat het monoliet eveneens als katalysator kan optreden voor de bedoelde reactie.

Door toepassing van de werkwijze volgens de  
20 uitvinding wordt in fysische scheidingsprocessen, zoals in de bovengenoemde processen, een grotere efficiency (genomen als scheidend vermogen per lengte of per volume van de scheidingskolom) beschikt, waardoor er een significante vermindering van de toe te passen  
25 kolom kan worden bereikt, of een vergrote doorzet door de kolom. De werkwijze kan ook worden toegepast met behulp van op zich in een bestaand productieproces reeds aanwezige scheidingsapparatuur, die voorzien is van de volgens de werkwijze volgens de uitvinding toe  
30 te passen gevinde monolieten.

De uitvinding heeft tevens betrekking op een kolom voor het uitvoeren van een fysische scheiding, zoals hierboven beschreven. Een dergelijke kolom is voorzien van een gestructureerde pakking in de

vorm van één of meerdere monolieten, bij voorkeur één of meerdere gevinde monolieten, en bevat aan- en afvoermiddelen voor voeding en af te voeren stromen.

Afhankelijk van het soort uit te voeren

- 5 scheidingsproces is de kolom tevens voorzien van accessoires om het bedoelde scheidingsproces uit te voeren, zoals er bij een destillatiekolom een daartoe geschikte vloeistof verdeler, een condensor voor de te koelen topstroom en een warmtewisselaar aanwezig zijn;
- 10 en bij een extractie proces een pulsator aanwezig kan zijn om een pulserende extractie uit te voeren.
- Dergelijke accessoires zijn de vakman bekend.

C O N C L U S I E S

1.      Werkwijze voor de fysische scheiding van een of  
5      meerdere componenten uit een gas of een  
vloeistof, met het kenmerk dat de scheiding wordt  
uitgevoerd in een kolom, die voorzien is van een  
gestructureerde pakking in de vorm van één of  
meerdere monolieten.
- 10    2.      Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk  
dat de scheiding plaatsvindt m.b.v. gevinde  
monolieten.
3.      Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het  
kenmerk dat een destillatieve scheiding wordt  
15      uitgevoerd.
4.      Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het  
kenmerk dat een scheiding in de vorm van een  
gasabsorbtie of -desorbtie wordt uitgevoerd.
5.      Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het  
20      kenmerk dat een scheiding in de vorm van een  
vloeistof- vloeistof extractie wordt uitgevoerd.
6.      Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het  
kenmerk dat een scheiding in de vorm van een  
extractieve destillatie wordt uitgevoerd.
- 25    7.      Werkwijze volgens een der conclusies 1-2, met het  
kenmerk dat een scheiding in de vorm van een  
reactieve destillatie wordt uitgevoerd.
8.      Werkwijze volgens een der conclusies 1-7, met het  
kenmerk dat de scheiding wordt uitgevoerd in  
30      tegenstroom.
9.      Kolom voor het uitvoeren van een fysische  
scheiding volgens een der conclusies 1-8, met het  
kenmerk dat de kolom is voorzien van een  
gestructureerde pakking in de vorm van een of

meerdere monolieten, en waarbij de kolom is voorzien van aan- en afvoermiddelen voor voeding en af te voeren stromen.

- 5      10.      Kolom volgens conclusie 9 met het kenmerk dat  
gevinde monolieten als gestructureerde pakking aanwezig zijn.